



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0720654-2 B1

(22) Data do Depósito: 09/11/2007

(45) Data de Concessão: 28/03/2017



(54) Título: COMPOSIÇÃO APROPRIADA PARA USO COMO AMACIANTE DE TECIDO, PROCESSO PARA PRODUZIR A COMPOSIÇÃO, AMACIANTE DE TECIDO, MÉTODO PARA ENXAGUAR TECIDOS E USO DA COMPOSIÇÃO

(51) Int.Cl.: C11D 1/645; C07C 219/06; C11D 1/62

(30) Prioridade Unionista: 28/12/2006 EP 06380339.9

(73) Titular(es): KAO CORPORATION S.A.

(72) Inventor(es): MARIA JOSÉ BERMEJO OSÉS; BLANCA NOGUES LOPEZ

**COMPOSIÇÃO APROPRIADA PARA USO COMO AMACIANTE DE TECIDO,
PROCESSO PARA PRODUZIR A COMPOSIÇÃO, AMACIANTE DE TECIDO,
MÉTODO PARA ENXAGUAR TECIDOS E USO DA COMPOSIÇÃO**

Campo técnico

[001] A invenção relaciona-se às composições que são apropriadas como amaciantes de tecido, particularmente para amaciar tecidos que foram lavados com detergentes altamente concentrados.

Técnica anterior

[001] As composições de cuidado de tecido liberam várias características desejáveis aos tecidos sob tratamento, incluindo uma sensação de tecido melhorada e uma percepção de frescor. Entretanto, a fim de segurar a aceitação de consumidor elevada de qualquer composição de cuidado de tecido, é essencial fornecer a estética de desejável produto desejável ao consumidor, por exemplo, não somente um odor de produto de limpeza atraente e uma cor de produto agradável, mas especialmente uma reologia de produto apropriada e estabilidade de produto física satisfatória. Controlar a reologia da composição de cuidado de tecido torna-se cada vez mais desafiante enquanto a concentração do ativo de amaciamento de tecido é abaixada (isto é, diluída).

[002] O amaciante de tecido é geralmente adicionado ao tecido após o processo de lavagem e subsequente enxágue. Entretanto, pode haver algum transporte de tensoativos aniônicos à etapa de adição do amaciante de tecido, particularmente quando a razão de detergente à água é elevada na etapa de lavagem, que é o caso, por exemplo, sob condições de lavagem à mão ou no caso de lavagem em

tratamentos de máquina de lavar não automática de carregamento superior. Este transporte de tensoativos aniônicos pode apresentar problemas com relação ao tratamento de amaciante subsequente já que os ativos de amaciante de tecido podem interagir com os tensoativos aniônicos residuais. Por exemplo, esta interação pode resultar em um efeito de amaciamento reduzido.

[003] WO-A-02072745 descreve a composição adicionada de enxágue para o condicionamento de tecido em um enxágue, por meio de que a composição compreende um ativo amaciante de tecido, um sistema de supressão de sabão e um limpador tensoativo, caracterizado em que a composição tem um valor de redução de sabão de pelo menos aproximadamente 90% e está livre de flocos visíveis quando usado na presença de tensoativo detergente residual. De acordo com WO-A-02072745, prefere-se que o ativo amaciante de tecido e o limpador tensoativo derivem de mesmo material de partida, sendo o ativo amaciante de tecido um composto de amônio quaternário substituído de di-alquila e o limpador tensoativo um composto de amônio quaternário de monoalquila, pois podem ser produzidos juntos em uma única reação química e, desta maneira, a composição final é menos provável experimentar a separação de fase.

[004] De acordo com WO-A-02072745, se a razão molar de ácido graxo para amina é menos do que 2:1, preferivelmente entre 1,6:1 a 0,8:1, e mais preferivelmente entre 1,6:1 e 1:1, uma mistura de compostos substituídos mono- e di-alquila são obtidos.

[005] Os ativos de amaciante de tecido preferidos de acordo com WO-A-02072745 são esterquats, tais como cloreto

de N,N-bis (estearoil-oxi-etil) N,N-dimetil amônio, cloreto de N,N-bis(sebooil-oxi-etil) N,N-dimetil amônio, metilsulfato N,N-bis(estearoil-oxi-etil) N-{2-hidroxietil} N-metil amônio ou cloreto de 1,2,-di(estearoil-oxi)-3-trimetil amôniopropano.

[006] Os limpadores tensoativos preferidos são a variação monoalquila do ativo amaciante de tecido (esterquat de monoalquila).

[007] Há uma bibliografia abundante na matéria de combinar compostos de amônio quaternário substituído de dialquila e compostos de amônio quaternário de monoalquila, dentre os quais patentes ou pedidos de patente EP-A-0018039, EP-A-0369500, US-A-4360437 ou US-A-4855072 entre muitas outras, podem ser mencionados.

[008] As referências descrevendo misturas de esterquats substituídos de dialquila e esterquats de monoalquila são WO-A-9414935, WO-A-9742279, WO-A-2004044113 dentre muitos outros.

[009] A US-A-6737392 descreve uma composição de amaciante de tecido contendo uma mistura de esterquats de trietanolamina e metildietanolamina de alta monoalquila. A composição de amaciante de tecido inclui uma mistura de 15 a 65%, em peso da mistura total, de um esterquat de trietanolamina e de 35 a 85%, em peso da mistura total, de um esterquat de metildietanolamina tendo um nível de esterquat de monoalquila de aproximadamente 10% ou maior. De acordo com a US-A-6737392, a razão molar preferida de ácido graxo para metildietanolamina está entre 1,2:1 a 1,7:1, preferivelmente entre 1,2:1 e 1,5:1, mais preferivelmente entre 1,2:1 a 1,35:1 a fim de aumentar o

nível de esterquat de monoalquila.

[010] Finalmente, de acordo com F.E. Friedli e col., em "Upgrading triethanolamine esterquat performance to new levels", Journal of Surfactants and Detergents, Vol. 5, N°.3 (julho 2002), publicado por AOCS, usando uma razão molar de ácido graxo/trietanolamina de 2:1, uma mistura de produto final contendo mono-esterquat, di-esterquat, tri-esterquat e tri-esteramina é obtido. A análise de peso percentual típica para esterquat de trietanolamina comercial é 23% mono-esterquat, 47% di-esterquat, 19% tri-esterquat e 11% tri-esteramina.

Sumário da invenção

[011] É o problema subjacente da presente invenção para fornecer uma nova composição que é apropriada para uso como um amaciante de tecido, particularmente na presença de tensoativos aniônicos que podem ser transferidos do processo de lavagem, e um processo para sua produção.

[012] Este problema é resolvido pelo fornecimento de uma composição compreendendo uma mistura de sal de amônio quaternário que é obtenível pela esterificação de ácido graxo C₆-C₂₂ com trietanolamina e quaternização subsequente, a referida mistura contendo di-esteramina não quaternizada, tri-esteramina não quaternizada, mono-esteramina quaternizada, di-esteramina quaternizada e tri-esteramina quaternizada, em que a razão de peso de tri-esteramina não quaternizada para tri-esteramina quaternizada é maior do que 1,5.

[013] Esta composição pode ser produzida por um processo compreendendo a condensação de ácidos graxos C₆-C₂₂ com trietanolamina fornecendo uma mistura de esteramina

compreendendo mono-esteramina, di-esteramina, e tri-esteramina, a quaternização da referida mistura com agentes alquilantes, em que a razão molar de agente alquilante para esteramina varia de 0,6 a 0,9, preferivelmente de 0,65 a 0,85.

Descrição detalhada da invenção

O esterquat

[014] Os esterquats são geralmente compreendidos por serem sais de éster de alcanolamina de ácido graxo quaternizado que, nos últimos anos, provaram ser apropriados como outro grupo de tensoativos catiônicos, além dos sais de amônio tetraalquila conhecidos para uso como amaciantes de tecido e como condicionadores para cosméticos. São normalmente produzidos por esterificação de ácidos graxos com alcanolaminas e quaternização subsequente dos ésteres de alcanolamina com cloreto de metila ou sulfato dimetila. Referência é feita nesta conexão a WO-A-9101295. Os esterquats da presente invenção são obtíveis pela esterificação de um ácido graxo C₆-C₂₂ com trietanolamina e quaternização subsequente, a referida mistura contendo di-esteramina não quaternizada (di-esteramina), tri-esteramina não quaternizada (tri-esteramina), mono-esteramina quaternizada (mono-esterquat), di-esteramina quaternizada (di-esterquat) e tri-esteramina quaternizada (tri-esterquat), em que a razão de peso de tri-esteramina não quaternizada para tri-esteramina quaternizada é maior do que 1,5. No seguinte, as duas etapas na síntese do esterquat são descritas mais detalhadamente.

A esterificação

[015] De acordo com a invenção, os ésteres de alcanolamina podem ser obtidos pela condensação de ácidos graxos C₆-C₂₂ com trietanolamina (TEA).

[016] Os exemplos de ácidos graxos C₆-C₂₂ apropriados são aqueles obtidos de óleos vegetais e animais e gorduras, tais como aquelas obtidas de óleo de rícino, óleo de coco, óleo de milho, óleo de mostarda, óleo de oliva, óleo de palma, óleo de amendoim, óleo de colza, óleo de girassol, óleo de soja, óleo de tall, sebo, eventualmente totalmente ou parcialmente hidrogenado, bem como ácidos graxos purificados ou sintéticos, tal como ácido capróico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido isotridecanóico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido palmoléico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido 2-etilhexanóico, ácido oléico, ácido elaidínico, ácido petroselênico, ácido linoléico, ácido linolênico, ácido eleosteárico, ácido ricinoléico, ácido araquídico, ácido gadoléico, ácido behênico, ácido erúcico, ou suas misturas de grau técnico.

[017] O ácido graxo é preferivelmente um ácido C₈-C₁₈ contendo um grau de insaturação, tal que o valor de iodo ("IV") está na faixa de 0-90, preferivelmente de 10-90, mais preferivelmente na faixa de 15-85, mais preferivelmente 15-55.

[018] Prefere-se também que o(s) ácido(s) graxo(s) empregado(s) no processo presente tem uma razão de isômero cis para trans de 80:20 a 95:5. Mais preferivelmente, o teor de isômero trans do(s) referido(s) ácido(s) graxo(s) é menos do que 10%. Um teor de isômero trans ótimo está entre 0,5-5%.

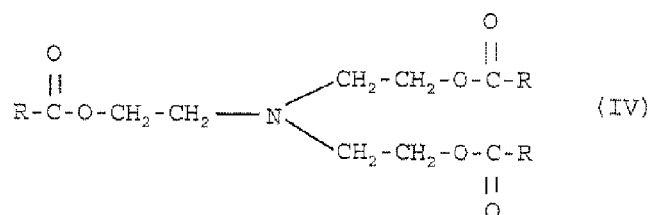
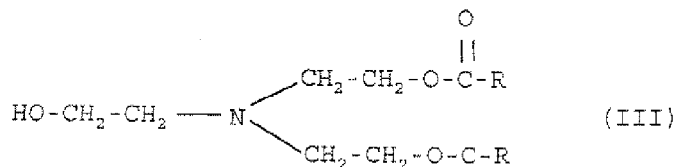
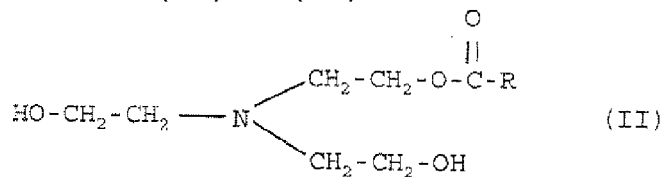
[019] A esterificação de ácidos graxos C₆-C₂₂ com

trietanolamina (TEA) pode ser realizada por métodos conhecidos, tais como é descrito no WO-A-9101295.

[020] Prefere-se que a esterificação dos ácidos graxos C₆-C₂₂ com trietanolamina seja realizada em uma temperatura entre 120°C e 220°C, por um período de 2 a 10 horas, preferivelmente em uma pressão reduzida de 0,5 a 20 kPa e na presença de alguns dos catalisadores já conhecidos para esterificação, por exemplo, ácido hipofosforoso e ácido paratolueno sulfônico, e também na presença de alguns dos estabilizadores e antioxidantes usuais, tais como tocoferóis, BHT, BHA, ácido cítrico, etc.

[021] A razão molar dos ácidos graxos C₆-C₂₂ para trietanolamina está geralmente na faixa de 1,5:1 a 2,5:1, mais de 1,6:1 a 2,0:1.

[022] O produto de reação da reação da esterificação é uma mistura complexa de mono-, di- e tri-ésteres de ácidos graxos, especificamente uma mistura de mono-esteramina, di-esteramina, e tri-esteramina, além da espécie não-reagida. As mono-esteramina, di-esteramina, e tri-esteramina têm as seguintes fórmulas (II) a (IV):



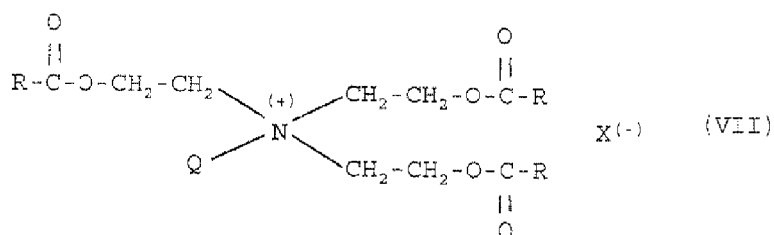
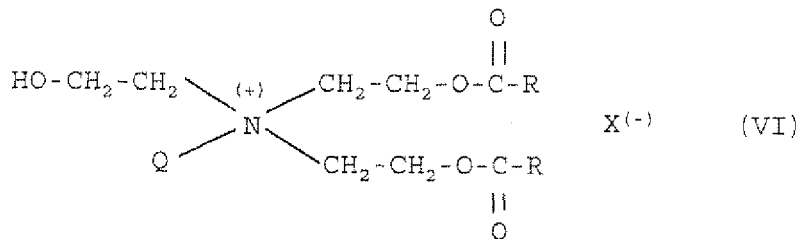
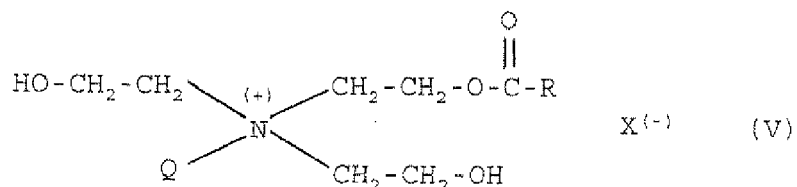
[023] Nas fórmulas acima R representa um grupo hidrocarboneto C_5-C_{21} .

A quaternização

[024] A quaternização do produto de reação da reação de esterificação pode ser realizada em uma maneira conhecida, tal como é descrito no WO-A-9101295. Os agentes alquilantes preferidos incluem haletos de alquila de cadeia reta ou ramificada C_1-C_3 , fosfatos, carbonatos, ou sulfatos, haletos de aralquila C_7-C_{10} , os fosfatos ou sulfatos, e misturas dos mesmos. Os exemplos de agentes alquilantes preferidos incluem, mas não são limitados ao cloreto de metila, cloreto de benzila, dietil sulfato, carbonato de dimetila, fosfato de trimetila, sulfato de dimetila ou misturas dos mesmos. Escolhendo o tipo e a quantidade de agente alquilante empregado é conhecido para o hábil na técnica. De acordo com a presente invenção, a razão molar de agente alquilante para esteramina varia geralmente de 0,6 a 0,9, preferivelmente de 0,65 a 0,85, mais preferivelmente de 0,7 a 0,83.

[025] A quaternização pode ser realizada na massa ou no solvente, em temperaturas variando de $55^{\circ}C-120^{\circ}C$. Se um solvente é empregado, então os materiais e/ou produto de partida devem ser solúveis no solvente à extensão necessária para a reação.

[026] A composição quaternizada resultante (isto é, o esterquat) contém, além das di-esteramina não quaternizada, triesteramina não quaternizada e possivelmente mono-esteramina não quaternizada, além de outros subprodutos, mono-esterquat, di-esterquat, e tri-esterquat das seguintes fórmulas V a VII, respectivamente:



em que

R tem os mesmos significados que nas Fórmulas II a IV,

X representam um ânion compatível de amaciante, preferivelmente cloreto, brometo, sulfato de metila, sulfato de etila e nitrato, mais preferivelmente cloreto ou sulfato de metila,

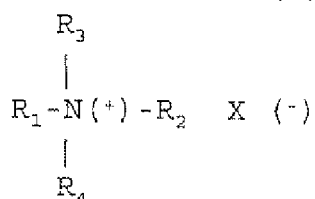
e Q é um grupo alquila C₁-C₃.

[027] No esterquat resultante, a razão de peso de (não quaternizado) tri-esteramina para tri-esterquat é pelo menos 1,5, mais preferivelmente pelo menos 3, mais preferivelmente pelo menos 5, mais preferivelmente pelo menos 8. Também prefere-se que o teor de tri-esterquat seja menos de 3% por peso, mais preferivelmente menos de 2% por peso, mais preferivelmente menos de 1% por peso, com relação ao peso total de mono-esteramina, di-esteramina, tri-esteramina, mono-esterquat, di-esterquat, e tri-esterquat.

[028] As porcentagens de peso de tri-esteramina não quaternizada e tri-esteramina quaternizada (bem como as

porcentagens de peso da outra espécie) como descrito aqui, são determinadas pelo método analítico quantitativo descrito na publicação "Characterization of quaternized triethanolamina esters (esterquats) by HPLC, HRCGC and NMR", A.J. Wilkes, C. Jacobs, G. Walraven e J.M: Talbot - 4ª ed. World Surfactants Congress, Barcelona, 3-7 junho 1996.

[029] Em outra modalidade preferida, um alquil N-C₆-C₂₂, N-di-(alquil C₁-C₃) é adicionado à mistura de esteramina obtida após a etapa de esterificação e antes da quaternização, isto é, a quaternização é realizada na presença da referida amina. Sob quaternização, uma mistura de sal de amônio quaternário é obtida que contém, além do (a) esterquat descrito acima, (b) um composto de amônio quaternário de fórmula (I)



em que,

R₁ representa um grupo alquila ou alquenila C₆-C₂₂ linear ou ramificado,

R₂, R₃, e R₄, representa independentemente um grupo alquila C₁-C₃,

X representa um ânion compatível de amaciante, preferivelmente cloreto, brometo, sulfato de metila, sulfato e nitrato de etila, mais preferivelmente cloreto ou sulfato de metila.

[030] O composto (b) é preferivelmente um alquil N-C₆-C₂₂, cloreto de N-tri-metil amônio ou alquil N-C₆-C₂₂, sulfato de N-tri-metil de metila amônio. A razão de peso do esterquat (a) para composto (b) está preferivelmente na

faixa de 5:1 a 60:1, mais preferivelmente na faixa de 8:1 a 50:1, mais preferivelmente na faixa de 8:1 a 20:1.

[031] Alternativamente, o composto (b) pode também ser adicionado ao esterquat após a etapa de quaternização em uma quantidade como indicada acima.

[032] Se o composto (b) está presente na composição da presente invenção, o composto (b) está preferivelmente presente em uma quantidade na faixa de 1 a 20% por peso, preferivelmente na faixa de 2 a 15% por peso, porcentagem de peso com relação ao peso total de mono-esteramina, di-esteramina, tri-esteramina, mono-esterquat, di-esterquat, tri-esterquat, e alquil N-C₆-C₂₂, composto de N-tri-(alquil C₁-C₃) amônio de fórmula (I).

[033] Em outra modalidade preferida, um tensoativo não iônico, preferivelmente um álcool alcoxilado, um álcool polihídrico alcoxilado, ou misturas dos mesmos, está também presente na composição da presente invenção (esterquat sozinho ou esterquat em combinação com o composto (b)).

[034] O álcool alcoxilado é preferivelmente um álcool graxo C₆-C₂₂ etoxilado tendo uma cadeia de alquila linear ou ramificada e tendo um grau de etoxilação médio entre 1-50, preferivelmente entre 1-30, mais preferivelmente entre 1-15; ou um álcool secundário C₇-C₁₅ linear ou ramificado etoxilado, álcool C₁₁-C₁₅ linear preferivelmente etoxilado tendo um grau de etoxilação médio entre 1-20, preferivelmente entre 1-15, mais preferivelmente 5-15.

[035] O álcool polihídrico alcoxilado é preferivelmente um etileno glicol, propileno glicol, 1,3-butileno glicol, 1,4-butileno glicol, dipropileno glicol, glicerol, poliglicerol etoxilado, e misturas dos mesmos, tendo um

grau de etoxilação médio entre 1-50, preferivelmente entre 1-30, mais preferivelmente entre 1-15. Preferivelmente, o álcool polihídrico alcoxilado é glicerol etoxilado tendo um grau de etoxilação médio entre 1-50, preferivelmente entre 1-30, mais preferivelmente entre 1-15.

Os amaciantes de tecido

[036] A matéria da presente invenção também inclui os amaciantes de tecido compreendendo a composição de acordo com a invenção.

[037] De acordo com a invenção, a mistura de sal de amônio quaternário (isto é, o esterquat (a) consistindo essencialmente em di-esteramina, tri-esteramina, mono-esterquat, di-esterquat, tri-esterquat, e solvente, e opcionalmente mono-esteramina não quaternizada e composto (b)) está presente nos amaciantes de tecido na faixa de 1 a 80% por peso, preferivelmente de 1 a 55% por peso, mais preferivelmente de 2 a 40% por peso, com relação ao peso total do amaciante de tecido.

[038] Em referência aos outros componentes opcionais, sem isto tendo que ser considerado como uma descrição exaustiva de todas as possibilidades, que, por outro lado, são bem conhecidas à pessoa hábil na técnica, os seguintes podem ser mencionados:

a) outros produtos que melhoram o desempenho das composições de amaciamento, tais como silicones, óxidos de amina, tensoativos aniônicos, tais como éter lauril sulfato ou lauril sulfato, tensoativos anfotéricos, tais como cocoamidopropil betaína ou alquil betaínas, sulfosuccinatos, derivados de poliglicosídeo, etc.

b) produtos de estabilização, tais como sais de aminas

tendo uma cadeia curta, que são quaternizados ou não quaternizados, por exemplo de trietanolamina, N-metildietanolamina, etc., e também tensoativos não iônicos, tais como álcoois graxos etoxilados, aminas graxas etoxiladas, fenóis de alquila etoxilados, etc.

c) produtos que melhoram o controle de viscosidade, por exemplo, sais inorgânicos, tais como cloreto de cálcio, cloreto de magnésio, sulfato de cálcio, cloreto de sódio, etc.; produtos que podem ser usados para reduzir a viscosidade em composições concentradas, tais como compostos do tipo glicol, tais como, por exemplo, etileno glicol, dipropileno glicol, poliglicóis, etc.; e agentes espessantes para composições diluídas, por exemplo, polímeros derivados de celulose, goma guar, etc.

d) componentes para ajustar o pH, que é preferivelmente de 1,5 a 4,5, tais como qualquer tipo de ácido inorgânico e/ou orgânico, por exemplo ácido clorídrico, sulfúrico, fosfórico, cítrico etc.

e) agentes que melhoram a liberação de mancha, tais como polímeros conhecidos ou copolímeros baseados em tereftalatos.

f) agentes conservantes bactericidas, tais como formol, Katon GC, Bronopol, etc.

g) outros produtos tais como antioxidantes, agentes de coloração, perfumes, germicidas, fungicidas, agentes anticorrosivos, agentes antirrugas, opacificantes, doadores de brilho ótico, agentes de brilho de pérola, etc.

[039] O amaciante de tecido de acordo com a invenção, pode levar uma variedade de formas físicas incluindo líquido, gel líquido, tipo pasta, sabão na forma aquosa ou

não aquosa, pó, formas granular e comprimido. Para melhor dispersibilidade, uma forma preferida da composição é uma forma líquida, e na forma de uma dispersão aquosa em água. Quando em uma forma líquida, a composição pode também ser dispensada com meios dispersantes, tais como um dispensador em pulverizador ou aerossol.

[040] Quando em uma forma líquida, tal amaciante de tecido pode conter de 1% a 15% de peso de um agente de amaciamento de tecido, inclui a mistura de sal de amônio quaternário de acordo com a invenção, no caso de amaciante de tecido (diluído) padrão, mas pode conter níveis mais elevados de até 30% ou mesmo de 40% em peso (do agente de amaciamento de tecido, que inclui a mistura de sal de amônio quaternário de acordo com a invenção) no caso de amaciantes de tecido muito concentrados. A composição geralmente também conterá água e outros aditivos, que podem fornecer o equilíbrio da composição.

[041] Os amaciantes de tecido líquidos são habitualmente preparados fundindo os ingredientes de amaciamento e adicionando a fusão à água quente, com agitação para dispersar os ingredientes insolúveis em água.

[042] O amaciante de tecido de acordo com a invenção pode ser usado em um processo chamado de enxágue, onde um amaciante de tecido como definido acima, é primeiramente diluído em uma solução de banho de enxágue aquosa. Subsequentemente, os tecidos lavados que foram lavados em uma solução detergente e opcionalmente enxaguados em uma primeira etapa de enxágue ("ineficiente" no sentido que o detergente residual e/ou mancha podem ser transferidos aos tecidos), são colocados na solução de enxágue com a

composição diluída. Naturalmente, o amaciante de tecido pode também ser incorporado no banho aquoso uma vez que os tecidos foram imersos no mesmo. Seguindo esta etapa, a agitação é aplicada aos tecidos na solução de banho de enxágue fazendo com que as sabões colapsem, e as manchas residuais e tensoativo devem ser removidos. Os tecidos podem então ser opcionalmente torcidas antes de secar.

[043] Consequentemente, é fornecido um método para enxaguar tecidos, que compreende as etapas de contatar tecidos, previamente lavado em uma solução detergente, com um amaciante de tecido de acordo com a invenção. A matéria da invenção também inclui o uso de um amaciante de tecido da presente invenção para dar maciez de tecido aos tecidos que foram lavados em uma solução detergente de alta sabão, enquanto fornece no enxágue uma redução de sabão ou espuma e sem a criação de flocos indesejáveis.

[044] Este processo de enxágue pode ser realizado manualmente em bacia ou balde, em uma máquina de lavar não automática, ou em uma máquina de lavar automatizada. Quando a lavagem a mão é realizada, os tecidos lavados são removidos da solução detergente e torcidos. O amaciante de tecido da presente invenção é então adicionado à água fresca e os tecidos são então, diretamente ou após uma primeira etapa de enxágue ineficiente opcional, enxaguados na água contendo a composição de acordo com o hábito de enxágue convencional. Os tecidos são então secos usando meios convencionais.

[045] Os exemplos seguintes são dados a fim de fornecer uma pessoa hábil na técnica com uma explanação suficientemente clara e completa da presente invenção, mas

não deve ser considerado como limitação dos aspectos essenciais de seu assunto, como estabelecido nas porções precedentes desta descrição.

Exemplos

1. Síntese das composições

- Esterificação

[046] A esteramina usada nos exemplos foi preparada de acordo com o seguinte método geral:

786 g de ácido graxo de sebo (FA) foi introduzido em um reator equipado com um agitador e uma sonda de temperatura, e 261 g de trietanolamina (TEA), 1 grama de ácido hipofosforoso 50% e 0,6 gramas de BHT foram adicionados com agitação. A mistura foi aquecida em 170°C em uma atmosfera inerte até que o valor de ácido fosse menor que 5 mg KOH/g. Quando este valor foi conseguido 995 gramas do produto de reação, essa é uma mistura complexa de uma mono-esteramina, di-esteramina, e tri-esteramina, foi obtida.

- Quaternização

[047] As composições (esterquat ou esterquat com composto (b)) de Tabela 1 foram preparadas com o uso dos reagentes e as quantidades indicados na Tabela 1, de acordo com o seguinte método geral (todas as quantidades são expressas em g).

[048] A esteramina descrita acima o álcool isopropílico (IPA) e alquil N-C₆-C₂₂, N,N-dimetilamina (ADMA) são adicionados com agitação e em uma temperatura de 55°C, sulfato de dimetila (DMS) foi adicionado gota a gota por um período de tempo de aproximadamente 2 horas. A mistura manteve condições de agitação e temperatura até que o valor

de amina total permaneça constante.

[049] A razão tri-esteramina/tri-esterquat (EA/EQ) é indicada também na Tabela 1.

Tabela 1 - Processo de Quaternização

	Ex.	Processo de Quaternização					Mistura Obtida	
		Éster amina do processo de esterificação	ADMA		IPA	DMS		
			grupo alquila C ₆ - C ₁₂	Quantidade			Quantidade	Razão EA/EQ
Exemplos comparativos	1.1	995	---	---	134	211	1340	0.9
	1.2	995	C16	52.5	143	234	1425	0.9
	1.3	995	C12	52.5	235	143	1425	0.9
	1.4	995	C18	52.5	142	232	1422	0.9
	1.5	995	C16	111	152	259	1517	0.9
	1.6	995	C12	111	262	152	1520	0.9
	1.7	995	C18	111	151	255	1512	0.9
De acordo com a invenção	1.8	995	---	---	231	179	1305	5.4
	1.9	995	C16	52.5	139	199	1386	5.4
	1.10	995	C12	52.5	139	200	1387	5.4
	1.11	995	C18	52.5	139	198	1385	5.4
	1.12	995	C16	111	148	221	1475	5.4
	1.13	995	C12	111	148	223	1477	5.4
	1.14	995	C18	111	147	213	1471	5.4

2. Preparação das composições amaciantes de tecido

[050] As composições amaciantes de tecido indicadas na Tabela 2 e Tabela 3 foram preparadas utilizando o seguinte procedimento:

A água é aquecida entre 40°C-45°C. Sob condições de agitação, o tensoativo não iônico, é adicionado à água. A base de amaciante (misturas 1.1 a 1.14 obtidas no exemplo 1) foi fundida e adicionada à água, sob agitação. Após homogeneização, a fórmula foi resfriada até 25-30°C. A

emulsão de silicone desespumante foi adicionada neste ponto. Uma vez que foi incorporada, perfume e outros ingredientes, tais como tintura e conservante, foram adicionados e misturados até alcançar uma composição homogênea.

[051] Para os exemplos A1 a A7, o ácido foi adicionado em água após a incorporação não iônica.

[052] Para exemplos C-2b e A-2b monoalquilquat (composto de fórmula (I)) foi adicionado em água antes da adição de esterquat.

Tabela 2 - Composições amaciantes de tecido - exemplos comparativos

	C-1	C-2a	C-2b	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7
Mistura 1.1 (esterquat)	8		7, 6					
Mistura 1.2 [esterquat (95%)+TriMeC16-MS ¹ (5%)]		8						
Cloreto de N-cetil- N,N,N-trimetil amônio			0, 4					
Mistura 1.3 [esterquat (95%)+TriMeC12-MS ² (5%)]				8				
Mistura 1.4 [esterquat (95%)+TriMeC18-MS ³ (5%)]					8			
Mistura 1.5						8		

[esterquat (90%)+TriMeC16-MS ¹ (10%)]								
Mistura 1.6 [esterquat (90%)+TriMeC12-MS ² (10%)]							8	
Mistura 1.7 [esterquat (90%)+TriMeC18-MS ¹ (10%)]								8
Álcool Estearil Cetil POE(20) ⁴	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Emulsão de silicone DC-1430 Ex. Dow Corning	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Perfume	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Água	Equilibrar até 100							

¹Sulfato de N-cetil-N,N,N-trimetil metil amônio

²Sulfato de N-lauril-N,N,N-trimetil metil amônio

³Sulfato de N-estearil-N,N,N-trimetil metil amônio

⁴Álcool Estearil Cetil tendo um grau de etoxilação médio de 20

Tabela 3 - Composições amaciantes de tecido - de acordo com a invenção

	A-1	A-2a	A-2b	A-3	A-4	A-5	A-6	A-7
Mistura 1.8 (esterquat)	8,0		7,6					
Mistura 1.9 [esterquat		8,0						

Perfume	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Água	Equilibrar até 100							

¹Sulfato de N-cetil-N,N,N-trimetil metil amônio

²Sulfato de N-lauril-N,N,N-trimetil metil amônio

³Sulfato de N-estearil-N,N,N-trimetil metil amônio

⁴Álcool Estearil Cetil tendo um grau de etoxilação médio de 20

3. Métodos de avaliação

3.1 Avaliação de resíduo branco

[053] 60 g de detergente em pó comercial (ARIEL), foi adicionado a 8 l de água (dureza de água 20°HF, graus Francês de dureza, temperatura da água 25°C). A solução foi agitada até a dissolução completa.

[054] Toalhas de algodão turco (peso total 300 g) foram mergulhadas na solução detergente e mantidas sob movimento durante 1 min.

[055] Após este período as toalhas foram manualmente espremidas e transferidas a um banho de enxágue de amaciante contendo 45 g de composição amaciante dissolvida em 3 l de água (dureza de água 20°HP, graus Francês de dureza, Temperatura de água 25°C).

[056] As toalhas foram mantidas no banho de amaciamento durante 30 s, então foram removidas e manualmente espremidas.

[057] Após 2 minutos de remoção de toalhas, o banho de amaciamento foi filtrado através do tecido preto de malha de algodão.

[058] O tecido preto foi mantido na posição horizontal até seco (temperatura ambiente), e então o resíduo de filtragem foi avaliado visualmente contra uma faixa de

avaliação.

[059] O efeito de composições amaciantes reduzindo a formação de resíduo branco é mostrado nas Tabelas 4 e 5.

[060] As notas vão de 1 (comportamento ruim = toda superfície de tecido preto coberta por um resíduo de película branco) a 6 (comportamento excelente = superfície de tecido preto praticamente livre de resíduos brancos).

3.2 Avaliação de Maciez

[061] 30 g de detergente em pó comercial (ARIEL), foi adicionado a 15 l de água (dureza de água 20°HF, graus Francês de dureza, Temperatura de água 25°C). A solução foi agitada até dissolução completa.

[062] As toalhas de algodão turco (peso total 1 kg) foram lavadas manualmente durante 5 min.

[063] Após este período as toalhas foram manualmente espremidas e transferidas a um banho de enxágue de amaciante contendo 25 g de composição amaciante dissolvida em 20 l de água (dureza de água 20°HF, graus Francês de dureza, Temperatura de água 25°C) durante 3 min, então foram removidas e espremidas manualmente.

[064] Após a secagem (condições internas, 20°C 65% de UR), o efeito de amaciamento foi sensorialmente avaliado por um painel de especialistas de 20 verificadores por meio de um teste de avaliação usando como referências:

- Um branco (classificação 1) consistindo em uma toalha tratada no banho detergente e então enxaguada em um banho contendo somente água (dureza de água 20°HF, graus Francês de dureza, Temperatura de água 25°C), e

- um controle (classificação 5) consistindo em uma toalha previamente molhada apenas em água (dureza de água

20°HF, graus Francês de dureza, Temperatura de água 25°C) e então imersa em um banho de amaciamento contendo 25 g da composição amaciante dissolvida em 20 litros de água (dureza de água 20°HF - Temperatura de água 25°C).

[065] O efeito de amaciamento é mostrado nas Tabelas 4 e 5.

Tabela 4 - Avaliação das composições amaciantes de tecido - exemplos comparativos

	Exemplos Comparativos							
	C-1	C-2a	C-2b	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7
Resíduo branco (classificação de 1 a 6)	1	2	2	2	1	5	5	4
Maciez (classificação de 1 a 5)	4	4	4	4	4	3	3	3

Tabela 5 - Avaliação das composições amaciantes de tecido - de acordo com a invenção

	De acordo com a invenção							
	A-1	A-2a	A-2b	A-3	A-4	A-5	A-6	A-7
Resíduo branco (classificação de 1 a 6)	3	5	5	5	4	6	6	5
Maciez (classificação de 1 a 5)	4	4	4	4	4	3	3	3

[066] Dos resultados experimentais pode-se concluir que as composições amaciantes de tecido de acordo com a invenção fornecem melhor redução de resíduos brancos (flocos indesejáveis) sem afetar o comportamento de maciez.

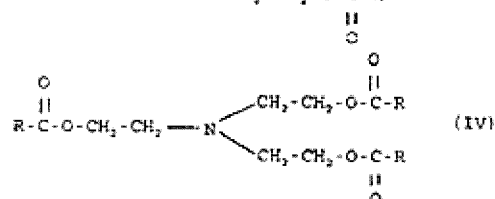
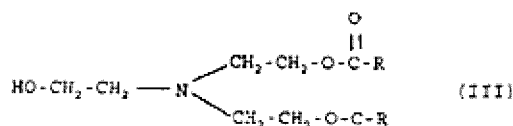
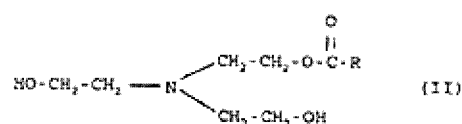
[067] Particularmente bons resultados foram obtidos com composições amaciantes de tecido A-2a, A2-b e A-3.

[068] Além disso, os resultados semelhantes foram obtidos com composição amaciante de tecido A-2a (onde o composto de fórmula (I) foi obtido *in situ* com o esterquat durante o processo de quaternização) e a composição amaciante de tecido A-2b (onde o composto de fórmula (1) foi misturado com o esterquat).

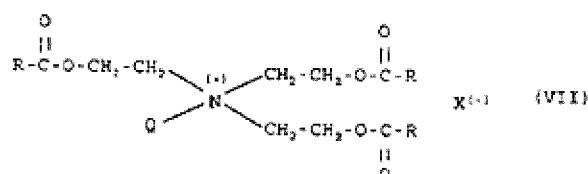
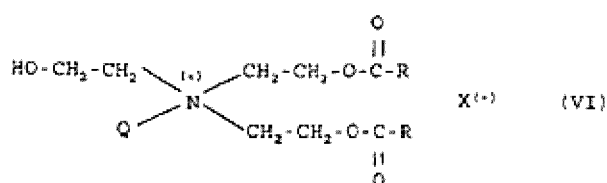
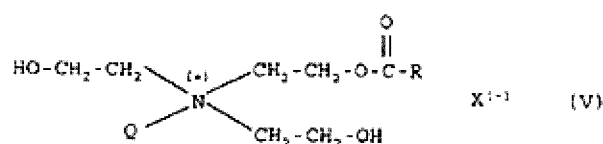
REIVINDICAÇÕES

1. Composição caracterizada pelo fato de que compreende um esterquat que é obtido por esterificação de ácido graxo C₆-C₂₂ com trietanolamina e quaternização subsequente, o referido esterquat compreendendo uma mistura de di-esteramina não quaternizada, tri-esteramina não quaternizada, mono-esteramina quaternizada, di-esteramina quaternizada e tri-esteramina quaternizada, em que a razão de peso de tri-esteramina não quaternizada para tri-esteramina quaternizada é maior do que 5,

em que a mono-esteramina não quaternizada é representada pela fórmula (II), a di-esteramina não quaternizada é representada pela fórmula (III) e a tri-esteramina não quaternizada é representada pela fórmula (IV):



em que a mono-esteramina quaternizada é representada pela fórmula (V), a di-esteramina quaternizada é representada pela fórmula (VI) e a tri-esteramina quaternizada é representada pela fórmula (VII):



em que, nas fórmulas (II) a (VII):

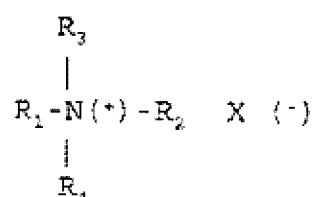
R representa um grupo hidrocarboneto C₅-C₂₁,

X representa um ânion selecionado do grupo de cloreto, brometo, sulfato de metila, sulfato de etila, nitrato, e

Q é um grupo alquila C₁-C₃.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo fato de que o teor de tri-esteramina quaternizada é menor do que 3% em peso com relação à quantidade total de mono-esteramina não quaternizada, di-esteramina não quaternizada, tri-esteramina não quaternizada, mono-esteramina quaternizada, di-esteramina quaternizada e tri-esteramina quaternizada.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizada** pelo fato de que ainda compreende um composto de amônio quaternário (b) de fórmula (I)



em que,

R₁ representa um grupo alquila ou alquenila C₆-C₂₂

linear ou ramificado,

R₂, R₃, e R₄, representam independentemente um grupo alquila C₁-C₃,

X representa um ânion compatível de amaciante selecionado do grupo de cloreto, brometo, metilsulfato, sulfato de etila e nitrato, mais preferivelmente cloreto ou sulfato de metila.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada** pelo fato de que o composto (b) é um alquil C₆-C₂₂, cloreto de N-tri-metil amônio ou alquil N-C₆-C₂₂, sulfato de tri-metil metil amônio.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 3 ou 4, **caracterizada** pelo fato de que a razão de peso do esterquat para o composto (b) está na faixa de 5:1 a 60:1.

6. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizada** pelo fato de que ainda compreende um tensoativo não iônico, selecionado do grupo de álcool alcoxilado, álcool polihídrico alcoxilado, ou misturas dos mesmos.

7. Processo para produzir a composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **caracterizado** pelo fato de que compreende

a esterificação de ácidos graxos C₆-C₂₂ com trietanolamina, fornecendo uma mistura de esteramina compreendendo mono-esteramina, di-esteramina, e tri-esteramina,

a quaternização da referida mistura com agentes alquilantes, em que a razão molar de agente alquilante para esteramina varia de 0,6 a 0,9, preferivelmente 0,65 a 0,85.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 7,

caracterizado pelo fato de que a quaternização é realizada na presença de um alquil N-C₆-C₂₂, alquil amina N,N-di-C₁-C₃.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado** pelo fato de que o componente (b) de fórmula (I) é misturado com o esterquat.

10. Amaciante de tecido **caracterizado** pelo fato de que compreende a composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 6.

11. Método para enxaguar tecidos **caracterizado** pelo fato de que compreende as etapas de contatar os tecidos, previamente lavados em uma solução detergente, com um amaciante de tecido como definido na reivindicação 10.

12. Uso de uma composição como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **caracterizado** pelo fato de que o seu uso concede maciez de tecido aos tecidos.